

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 2月 6日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-029775

[ST.10/C]:

[JP 2001-029775]

出 願 人

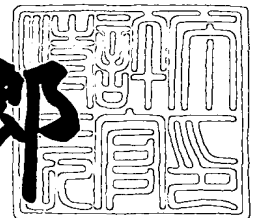
Applicant(s):

株式会社東洋クオリティワン

2003年 6月 3日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3043020

【書類名】 特許願

【整理番号】 A000006877

【提出日】 平成13年 2月 6日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08G 18/48
C08G 18/00

【発明の名称】 低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及びその製
法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県川越市下小坂 3 2 8 - 2 株式会社東洋クオリテ
ィワン川越工場研究所内

【氏名】 田中 孝博

【特許出願人】

【識別番号】 000003425

【氏名又は名称】 株式会社 東洋クオリティワン

【代理人】

【識別番号】 100058479

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴江 武彦

【電話番号】 03-3502-3181

【選任した代理人】

【識別番号】 100084618

【弁理士】

【氏名又は名称】 村松 貞男

【選任した代理人】

【識別番号】 100068814

【弁理士】

【氏名又は名称】 坪井 淳

【選任した代理人】

【識別番号】 100092196

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 良郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100091351

【弁理士】

【氏名又は名称】 河野 哲

【選任した代理人】

【識別番号】 100088683

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 誠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011567

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9102472

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及びその製法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリオール、イソシアネート化合物、触媒、発泡剤及び整泡剤を少なくとも用いて低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する方法において、

ヘルスバブルを発生させることなく通気性が $5 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下の連続気泡を有する軟質ポリウレタンフォームブロックを製造することを特徴とする低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 2】 前記整泡剤として、ポリオキシアルキレン鎖末端にイソシアネート基と化学結合しうる官能基を有し、更にポリオキシアルキレン鎖が数平均分子量で 150～1500、しかもポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの重量比が 70/30～0/100 であるポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を使用することを特徴とする請求項 1 記載の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 3】 ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体中のポリオキシアルキレン鎖末端が水酸基であることを特徴とする請求項 2 記載の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 4】 ポリオール成分がポリエーテルポリオールであることを特徴とする請求項 1～3 いずれか記載の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 5】 ポリオール成分がポリエーテルポリオールとイソシアネート化合物を反応させて合成されたポリウレタンプレポリマーであることを特徴とする請求項 1～3 いずれか記載の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 6】 添加剤として流動性を有する主に炭化水素化合物を用いることを特徴とする請求項 1～5 いずれか記載の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【請求項 7】 請求項 1～6 いずれか記載の方法により製造され、止水材と

して使用されることを特徴とする低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及び低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法に関する。更に詳しくは、本発明は、通気性が極めて低くかつフォームブロック内の部位による通気性のばらつきがほとんど無い低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

低通気性の軟質ポリウレタンフォームを製造する方法として従来より行われている方法には、例えばフォームのセル膜をより多く残す方法があり、具体的には高反応性のポリオールやイソシアネート化合物を使用すること、または硬化作用の強い触媒を多く使用すること、整泡力の強い整泡剤を使用することなどが挙げられる。また、別な方法としては、フォームのセルサイズをできるだけ小さくして連続気泡ながらも空気透過抵抗を大きくする方法で、具体的にはポリエステルポリオールやブタジエン系ポリオール、イソプレン系ポリオール又はダイマー酸系ポリオールなどのような高粘度ポリオールを使用する。しかしながら、これらの方法で製造される低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックは、通気性を $5 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下に設定しようとする、独立気泡を生じやすいので極めて収縮しやすく、安定して製造することが困難である上に、フォームブロックの上・中・下あるいは中心部・側面部において通気性に $2 \sim 15 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 程度のばらつきが常に存在していた。

【0003】

そのため、実際に所望の低通気性を有するウレタンフォームは、そのフォームブロックの下部のみ、又は中～下部しか得られないという問題があり、フォームブロックの部位による通気性差が $1 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下に至るような低通気性ポリウレタンフォームブロックの製造方法の確立が要望されていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記事情を考慮してなされたもので、極めて通気性が低く、かつ形状の大きなフォームブロックを作った場合においても、部位による通気性のばらつきがほとんど無い低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、従来のヘルスバブルを生ずるセルの連通化工程を経ることなく連続気泡を有する軟質ポリウレタンフォームブロックを製造することができれば、フォームブロックの各部位による通気性のばらつきがほとんど無いものができる可能性があると考えた。そして、鋭意検討した結果、ヘルスバブルを生じさせない方法でセルの連通化を行ないフォームブロックを製造することにより、本目的が達成されることを見出し、更には特定の化学構造を有するポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を整泡剤として使用することによって、より安定した条件で上記課題が解決され得る軟質ポリウレタンフォームブロックの製造が可能となることも見出し本発明に至った。

【0006】

ここで、ヘルスバブルについて説明する。従来の軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する方法、即ちポリオール、イソシアネート化合物、発泡剤、その他必要成分を攪拌混合し、高分子化反応の進行に伴い、発泡剤やイソシアネートと水の反応などにより発生したガスが微細気泡となり、ウレタンフォームブロックを形成する過程において、セルを連通化させるためには、生成したセル膜をフォームブロック生成の途中で破る工程が必要である。

【0007】

その破る工程は、通称“ヘルスバブル”（“Healthy Bubble”）又は“Blow off”又は“The Opening cell”と呼ばれており、フォーム高さが最高に達する時に内部のガス圧力がセル膜の強度を上回ることにより、セル膜が破れて連通化し、そのガスはフォームブロックの上部表面より局所的に吐出される軟質ポリウレタンフォームブロック製造において不

可欠な工程である。

【0008】

また、本願において、ヘルスバブルとは、フォームの高さが最高に達する時に発生する局所的に吐出されるガスを指している。このことは、例えば Saunders, J. H., Rubber Chem. Technol. 33, p1293~1322 (1960)、Saunders, J. H. and K. C. Frisch, Polyurethane, Chemistry and Technology, Part 1, Chemistry. などのウレタン関係でパイプ的存在の数々の書籍にも記載され、かつ当業者が軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する際には、必ずこのHealthy Bubble (ヘルスバブル) を発生させており、製造上必要不可欠な1つの工程として認識されている。即ち、「Healthy Bubble」という言葉に示されているように、ヘルスバブルが発生する状態が軟質ポリウレタンフォームブロックの製造の最適状態であると永年にわたり認識されてきた。

【0009】

しかし、この様にして得られたフォームブロックは、中部から上部になるにつれてガスの通過量が多いためにその部分が下部よりも通気性が高くなり、全体としてフォームブロックに通気性のばらつきを生じさせていた。この従来の手法で $5 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下の通気性の低いフォームを得る目的で、硬化作用の強い触媒を多く使用したり、あるいは高反応性の原料を用いたりすると、ガス化反応よりも樹脂化反応の方が先行し、このヘルスバブルが発生しないでセルの連通化が不十分となってしまう、フォームブロック内部に閉じ込められたガスの大気中への拡散や発泡後のガスの冷却によりフォームブロックは大きく収縮し、良品のフォームブロックを製造することが困難であるという問題があった。

【0010】

ところで、従来から軟質ポリウレタンフォーム用整泡剤として一般に用いられているポリシロキサン-ポリオキシアルキレン共重合体の構造は、ポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量が1000~5000、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの重量比が60/40~40/60

で、またポリオキシアルキレン鎖末端は水酸基・メトキシ基等任意である。

【 0 0 1 1 】

特に、低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する方法例として、ポリオキシアルキレン鎖末端基が水酸基であるポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を使用する方法（特公平 5 - 8 2 1 1 号）や、ポリオキシアルキレン鎖末端基がエポキシ基であるポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を使用する方法（特開平 8 - 9 2 4 0 4 号）などがある。これらはポリオキシアルキレン鎖末端にイソシアネートと化学結合しうる官能基を持たせることにより、整泡剤としての役割に加えて架橋剤としての効果を付与させることでセルの連通化を最小限に押さえようとする試みである。しかしながら、これらのポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体も、ポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量は 1 0 0 0 ~ 5 0 0 0 であり、またセルの連通化がヘルスバブルを伴うものであるため、やはりフォームブロックの部位による通気性のばらつきが生じていた。

【 0 0 1 2 】

即ち、本発明に係る低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法は、ポリオール、イソシアネート化合物、触媒、発泡剤及び整泡剤を少なくとも用いて、ヘルスバブルを発生させることなく通気性が $5 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下でばらつきがほとんど無い連続気泡を有する軟質ポリウレタンフォームブロックを製造することを特徴とする。

【 0 0 1 3 】

本発明のヘルスバブルの発生を伴わないで連続気泡を有する低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックを具現化させるためには、通常フォームブロックの高さが最高に達するまでの時間が 1 分 ~ 2 分程度であるところを、5 分 ~ 1 0 分と遅延させることで達成される。その具体的な手法としては、低触媒量、低水分量、低イソシアネートインデックス等の設定が挙げられる。また、生産速度を落とさずに製造するためには、特定のポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を整泡剤として使用することにより、達成される。このようにして得られたフォームブロックは連続気泡を有し、かつ各部位における通気性にばらつきがほ

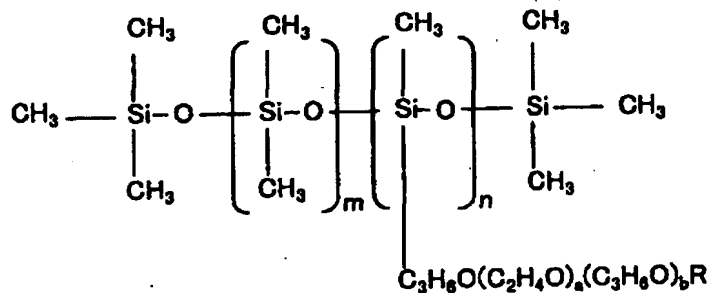
とんど無い。

【 0 0 1 4 】

その整泡剤としては、ポリオキシアルキレン鎖末端にイソシアネート基と化学結合しうる官能基を有し、更にポリオキシアルキレン鎖が数平均分子量で 1 5 0 ～ 1 5 0 0、しかもポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキシドとプロピレンオキシドの重量比が 7 0 / 3 0 ～ 0 / 1 0 0 であるポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体が挙げられ、その代表的な構造は下記化 1、化 2 の通りである。

【 0 0 1 5 】

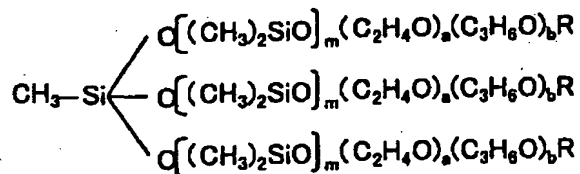
【化 1】



但し、化 1 中、R はイソシアート基と化学結合しうる官能基、m, n, a, b は整数。

【 0 0 1 6 】

【化 2】



但し、化 2 中、R はイソシアネート基と化学結合しうる官能基、m, a, b は整数。

【 0 0 1 7 】

前記ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体において、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキシドとプロピレンオキシドの重量比は 7 0 / 3 0

0/100であり、フォームブロック内の部位による通気性のばらつきがより低減される点から特に好ましくは30/70~0/100である。

【0018】

また、前記ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体中のポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量は、150~1500、好ましくは400~1000である。ここで、ポリオキシアルキレン鎖の分子量が150未満では整泡力が強く、フォームは収縮しやすくなる。また、ポリオキシアルキレン鎖の分子量が1500を超えると、整泡力が弱く、気泡が崩壊してしまい、フォームの形成自体が困難となる。特に、分子量が2000以上になると、逆に整泡力が強くなり、フォームは収縮しやすくなる。

【0019】

前記ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体中の、イソシアネート基と化学結合しうるポリオキシアルキレン鎖末端基には、例えば水酸基、カルボキシル基、アミノ基、またはエポキシ基等が挙げられるが、イソシアネート基と化学結合しやすく、架橋効果を発現しやすい点で水酸基が好ましい。前記オキシアルキレン鎖末端基がイソシアネート基と化学結合し得えない炭化水素基、例えばアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、ナフチル基、シクロヘキシル基等であると、整泡力が弱く、気泡が崩壊しフォームの形成自体が困難であり、フォーム形成したとしても通気性に大きなばらつきが生じてしまう。

【0020】

また、従来の技術において、高粘度でそれ自体の気泡安定化能力が高いポリオールと併用して低通気性の軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する場合に、ポリオキシアルキレン鎖の分子量が比較的小さく界面活性力の弱い硬質ポリウレタンフォーム用の整泡剤を使用する方法がとられることがあり、これは公知の技術である。しかしながら、従来から硬質ポリウレタンフォーム用整泡剤として一般に用いられているポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体の構造においては、ポリオキシアルキレン鎖の末端基の構造は任意である。また、ポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量が300~3000、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの重量比が100/0~70/

30であった。

【0021】

本発明において、生産速度を落とさずに製造するために使用する前記ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体も、ポリオキシアルキレン末端にイソシアネート基と化学結合しうる官能基を有することを前提にしているが、従来のポリウレタンフォーム用整泡剤と大きく異なる点は、次の2点である。

【0022】

第1に、ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体中のポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量が150～1500と非常に小さい点である。第2に、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの最適重量比率は30/70～0/100で、プロピレンオキサイドの含有量が多い点である。つまり、本発明の整泡剤は、従来の整泡剤の範囲とまったく異なった構造であり、また当業者においてもこのモル比率は整泡効果があると認識されている範囲外のものであった。この特定のポリオキシアルキレン鎖末端基とエチレンオキサイド・プロピレンオキサイドの重量比率及び分子量の選択により、フォームを形成させるのに十分な整泡力を発揮し、ヘルスバブルの発生を伴わないので各部位に通気性のばらつきのほとんど無い非常に低通気性の軟質ポリウレタンフォームブロックを生産速度を落とさずに製造することが可能となった。また、前記ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド含有率は少ない方がより微細なセルを形成させることが可能となる。

【0023】

生産速度を落とさずに製造するために、好ましいとされた範囲（請求項2記載の範囲）の整泡剤を1種類又は2種類以上を同時に用いることができる。しかし、その場合は、その範囲外の整泡剤と併用すると、その効果が十分に発揮できなくなることがあるので好ましくない。

【0024】

本発明の軟質ポリウレタンフォームブロックの生産速度を落とさずかつヘルスバブルを発生させずに製造するためには、整泡剤として使用されるポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体は、ポリオール成分100重量部に対して0

． 3 重量部以上であり、上限は特に限定しないが、好ましくは 0. 3 ～ 8 重量部であり、特に好ましくは 0. 5 ～ 5 重量部用いる。ここで、整泡剤の添加量が 0. 3 重量部未満であると十分な整泡効果を発揮できず、フォームが形成しなかったり、フォームが形成してもセルが粗大になってしまい好ましくない。

【 0 0 2 5 】

本発明において使用されるポリオールとしては、軟質ポリウレタンフォームブロックの製造に一般に使用されているものを特に制限されることなく用いることができる。例えば、ポリエーテルポリオール、ポリエステルポリオール、ダイマー酸系ポリオール、ポリカーボネートポリオール、ブタジエン系ポリオール、ひまし油系ポリオールなどが挙げられ、これらを 1 種又は 2 種以上使用できる。これらの中でも特に好ましいものはポリエーテルポリオールで、中でもより微細なセルを形成するためにエチレンオキサイド含有量の少ないものが更に好ましい。

【 0 0 2 6 】

また、本発明の軟質ポリウレタンフォームブロックの製造において、特に好ましくはポリオール成分としてポリエーテルポリオールとイソシアネート化合物からなる末端基が水酸基であるポリウレタンプレポリマーを使用する方法であり、更なるセルの微細化及び通気性の低減が達成される。

【 0 0 2 7 】

上記ポリウレタンプレポリマーとして用いられるポリオールは、分子量 3 0 0 ～ 1 0 0 0 0 のポリエーテルポリオールで特に好ましい分子量は 3 0 0 0 ～ 5 0 0 0 である。また、イソシアネート化合物としては該ポリウレタンプレポリマーの粘度が製造を困難にすることさえなければ特に制限されることはないが、トリレンジイソシアネートが有効であり、好ましい粘度範囲は 3 0 ℃で 1 5 0 0 c p ～ 2 0 0 0 0 c p、特に好ましくは 3 0 0 0 c p ～ 1 0 0 0 0 c p である。

【 0 0 2 8 】

上記のポリウレタンプレポリマーの組成比は特に限定しないが、ポリエーテルポリオール／イソシアネート化合物＝2 モル／1 モル、または 3 モル／2 モルが好ましい。

【 0 0 2 9 】

本発明において使用されるイソシアネート化合物としては、軟質ポリウレタンフォームブロックの製造に一般に使用されているものを特に制限されることなく用いることができる。例えば、ジフェニルメタンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタン-4, 4'-ジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネートなどのような芳香族系、脂肪族系又は芳香環族系のイソシアネート化合物やこれらの誘導体 1 種又は 2 種以上使用できる。これらの中でも特に好ましいものはトリレンジイソシアネートである。

【0030】

本発明において使用される触媒としては、軟質ポリウレタンフォームブロックの製造に一般に使用されている第 3 アミン類や有機金属化合物を特に制限されることなく用いることができる。第 3 アミン類としては、例えばビス(2, 2'-ジメチルアミノ)エチルエーテル、トリメチルアミン、トリエチルアミン、N-メチルモルホリン、N-エチルモルホリン、N, N-ジメチルベンジルアミン、N, N, N', N'-テトラメチル-1, 3-ブタンジアミン、トリエタノールアミン、1, 4-ジヘキサメチレンテトラアミン、ピリジンオキシドなどが挙げられ、また有機金属化合物としてはジブチル錫ジラウレート、ジラウリル錫ジアセテート、ジオクチル錫ジアセテート等が挙げられる。

【0031】

本発明において使用される発泡剤には特に制限はなく、軟質ポリウレタンフォームブロックの製造に一般に使用されるものを用いることができる。例えば、水、ペンタン、ヘキサン、シクロペンタン、シクロヘキサン、メチレンクロライド、シクロフルオロメタン、トリクロフルオロメタン等が挙げられる。

【0032】

本発明の軟質ポリウレタンフォームブロックの製造においては、従来から使用されている周知の添加剤、例えば難燃剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、帯電防止剤、充填剤などを適量添加することができる。

【0033】

本発明の軟質ポリウレタンフォームブロックの製造において流動性を有する主

に炭化水素化合物を添加することにより、物理的耐久性に優れる低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックを得ることができる。具体的には、主に炭化水素化合物を添加して得られた本発明の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックは、クラッシング（物理的な圧縮によりセル膜を破壊すること）の前後で通気性の変化がほとんど認められない。その理由は明らかでないが、炭化水素化合物のポリウレタン樹脂に対する可塑化作用により、クラッシングによるセル膜の破壊を最小限度に押さえているためと推測される。

【 0 0 3 4 】

前記炭化水素化合物としては、例えばロジン系樹脂、テルペン系樹脂、脂肪族系炭化水素樹脂、芳香族系炭化水素樹脂、脂環族炭化水素樹脂、流動パラフィン、ポリブテン、低分子量イソプレン、オイル、ワックス、長鎖脂肪酸のエステル類などがあり、これら 1 種または 2 種以上の混合物を、ポリオール成分 1 0 0 重量部に対して 3 ～ 8 0 重量部、好ましくは 1 0 ～ 4 0 重量部用いる。炭化水素化合物の添加量が 3 重量部未満では十分な可塑効果が得られ難く、8 0 重量部を超えるとフォームの形成自体が困難となる。

【 0 0 3 5 】

本発明によって得られる軟質ポリウレタンフォームブロックは極めて通気性が低く、またフォームブロックの各部位による通気性のばらつきがほとんど無いので、フォームの通気性が $5 \text{ cc} / \text{cm}^2 / \text{sec}$ 以下であれば、緩衝材、吸音材、エアーシール材だけでなく、優れた止水材としても使用できる。更に、上記炭化水素化合物を含有した軟質ポリウレタンフォームブロックは、物理的耐久性に優れ撥水性がより向上するので、より高度な止水性能を発現しうる。

【 0 0 3 6 】

（作用）

本発明の低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックが、ヘルスバブルを発生しなくても収縮を起こさないほどに十分セルが連通化されており、更にフォームの部位による通気性のばらつきがほとんど無い理由については定かではないが、以下の通り推測される。

【 0 0 3 7 】

従来のように、反応により発生したガスがフォーム化の終盤までフォーム内部に閉じ込められ、ヘルスバブルとなって一気に吐出されると、フォーム中部から上部にかけてのガスの通過量が多く、それだけセル膜に大きな穴が開き、結果として通気性が高くなってしまう。

【 0 0 3 8 】

しかしながら、本発明で定義された製造方法を用いると、フォーム高さが最高に達する前、しかも反応の比較的早い段階から連通化が始まり、発生したガスの一部が順次フォームブロックの上部表面全体から大気中に拡散されていく。従って、フォームブロック内部の過剰なガス圧力及びフォームブロック部位の局所的なガスの集中が緩和されて、ヘルスバブルを生じなくてもセルは連通化されており、通気性のばらつきもほとんど生じないのである。

【 0 0 3 9 】

特に、本発明で好ましいとされた整泡剤について、ポリオキシアルキレン鎖の数平均分子量と整泡力との関係は以下の通り説明される。

一般にポリオキシアルキレン鎖の分子量が大きくなると、界面活性効果が増大し、強い整泡力を示す。つまり、従来の軟質ポリウレタンフォーム用の整泡剤には、界面活性効果が高く、整泡力の強いものが使用されてきた。本発明に使用するポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体は、ポリオキシアルキレン鎖の分子量が小さいため界面活性効果ははるかに低く、整泡力も弱い。が、末端基の化学結合による架橋効果によって整泡剤としての役割を果たしている。従って、ポリオキシアルキレン鎖の分子量が小さくなると、ポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体 1 分子あたりのイソシアネート基と化学結合しうる官能基の割合が増大し、反応性が高くなるので強い整泡力を示す。この整泡力はポリオキシアルキレン鎖の分子量が大きくなるにつれて弱くなっていくが、整泡力が極小となる分子量を超えると今度は次第にポリオキシアルキレン鎖の界面活性効果が高くなり始めるので整泡力は再び強くなってくる。

【 0 0 4 0 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について更に詳しく説明するが、本発明はこれに限定されるもの

ではない。

(1) 実施例及び比較例に用いた成分

a) ポリオール

P-1: グリセリンに、プロピレンオキサイドを付加重合させて得られた分子量 3 0 0 0 のポリエーテルポリオール、水酸基価 = 5 6

b) イソシアネート化合物

T D I : 日本ポリウレタン工業 (株) 製の商品名「コロネート T-80」(2, 4-トリレンジイソシアネート 80 重合%と、2, 6-トリレンジイソシアネート 20 重量%の混合物)

c) ポリウレタンプレポリマー

P-2: P-1 / T D I = 2 モル / 1 モル混合液を金属触媒の存在下において、80℃で約 2 時間反応させて合成された末端水酸基であるポリウレタンプレポリマー (30℃における粘度 3 7 0 0 c p、水酸基価 = 3 6. 3)

d) 触媒

触媒-1: 三共エアプロダクツ (株) 製の商品名「D A B C O-3 3 L V」(トリエチレンジアミンの 3 3 %ジプロピレングリコール溶液)

触媒-2: 日東化成 (株) 製の商品名「ネオスタン U-28」(スタナスジオクトエート)

e) 整泡剤

整泡剤-1: 上記化 1 の構造を有するポリジメチルシロキサン-ポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド/プロピレンオキサイドの重量比 0 / 1 0 0, R = H, M w = 6 0 0

整泡剤-2: 上記化 1 の構造を有するポリジメチルシロキサン-ポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド/プロピレンオキサイドの重量比 3 0 / 7 0, R = H, M w = 6 0 0

整泡剤-3: 上記化 1 の構造を有するポリジメチルシロキサン-ポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド/プロピレンオキサイドの重量比 7 0 / 3 0, R = H, M w = 6 0 0

整泡剤-4: 上記化 2 の構造を有するポリジメチルシロキサン-ポリオキシア

ルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド／プロピレンオキサイドの重量比 0／100， $R=H$ ， $Mw=1300$

整泡剤－5：上記化1の構造を有するポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド／プロピレンオキサイドの重量比 100／0， $R=H$ ， $Mw=600$

整泡剤－6：上記化1の構造を有するポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド／プロピレンオキサイドの重量比 100／0， $R=CH_3$ ， $Mw=600$

整泡剤－7：上記化1の構造を有するポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体、ポリオキシアルキレン鎖中のエチレンオキサイド／プロピレンオキサイドの重量比 40／60， $R=H$ ， $Mw=2100$

f) 流動性を有する炭化水素化合物

添加剤1：日本石油化学（株）製の商品名「ハイゾールSAS-LH」（芳香族系炭化水素化合物）

添加剤2：出光興産（株）製の商品名「PW-380」（パラフィン系プロセスオイル）

（2）実施例及び比較例の説明

実施例1は、ポリオール成分としてポリエーテルポリオール（P-1）を使用した例である。

実施例2は、ポリオール成分としてポリウレタンプレポリマー（P-2）を使用した例である。

実施例3は、添加剤として流動性を有する炭化水素化合物（添加剤1，2）を使用した例である。

【0041】

実施例4及び5は、整泡剤としてエチレンオキサイドとプロピレンオキサイドのモル比が実施例1～3とは異なるポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を夫々使用した例を示す。

【0042】

比較例1は、整泡剤として硬質ポリウレタンフォーム用整泡剤として一般的

に用いられる構造のポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体（整泡剤－４）を使用した例である。

比較例２は、ポリオキシアルキレン鎖末端がイソシアネート基と化学結合しない構造のポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体（整泡剤－５）を使用した例である。

比較例３は、整泡剤として軟質ポリウレタンフォーム用整泡剤として一般的に用いられている構造のポリジメチルシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体（整泡剤－６）を使用した例である。

【 0 0 4 3 】

上記実施例１～５の配合及びフォーム物性を下記表１に、比較例１～３については下記表２に示す。なお、表１，２中の数値は全てポリオール成分を１００重量部とした場合の重量部を表す。

【 0 0 4 4 】

【表 1】

表 1

| | 実施例 | | | | | |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 組成成分等 | | | | | | |
| P-1 | 100 | - | - | - | - | - |
| P-2 | - | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 整泡剤-1 | 1.5 | 1 | 1 | - | - | - |
| 整泡剤-2 | - | - | - | 1 | | - |
| 整泡剤-3 | - | - | - | - | 1 | - |
| 整泡剤-4 | - | - | - | - | - | 4 |
| 添加剤-1 | - | - | 15 | 15 | 15 | - |
| 添加剤-2 | - | - | 15 | 15 | 15 | - |
| 触媒-1 | 0.2 | 0.2 | 0.4 | 0.4 | 0.4 | 0.3 |
| 触媒-2 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
| 水 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| TDI | 39.6 | 36.4 | 36.4 | 36.4 | 36.4 | 36.4 |
| ヘルスバブルの有無 | 無し | 無し | 無し | 無し | 無し | 無し |
| フォーム状態 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 |
| 密度(kg/m ³) | 28 | 28 | 30 | 29 | 29 | 29 |
| セル数(個/25mm) | 45 | 70 | 75 | 65 | 60 | 65 |
| 通気度(cc/cm ² /sec) | | | | | | |
| フォームブロック上部 | 0.76 | 0.68 | 0.60 | 0.61 | 0.62 | 0.73 |
| フォームブロック中部 | 0.72 | 0.64 | 0.59 | 0.60 | 0.60 | 0.70 |
| フォームブロック下部 | 0.68 | 0.63 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.68 |
| 止水性(H) | 2 | 16 | >24 | >24 | >24 | 12 |
| 通気性差(cc/cm ² /sec) | 0.08 | 0.05 | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.05 |

【 0 0 4 5 】

【表 2】

表 2

| | 比較例 | | |
|-------------------------------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 |
| 組成成分等 | | | |
| P-2 | 100 | 100 | 100 |
| 整泡剤-5 | 1.0 | - | - |
| 整泡剤-6 | - | 1.0 | - |
| 整泡剤-7 | - | - | 1.0 |
| 添加剤-1 | 15 | 15 | 15 |
| 添加剤-2 | 15 | 15 | 15 |
| 触媒-1 | 0.4 | 0.4 | 0.4 |
| 触媒-2 | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
| 水 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| TDI | 36.4 | 36.4 | 36.4 |
| ヘルスバブルの有無 | 若干有り | - | 有り |
| フォーム状態 | セル荒れ | 崩壊 | 良好 |
| 密度(kg/m ³) | 30 | - | 31 |
| セル数(個/25mm) | 35 | - | 60 |
| 通気度(cc/cm ² /sec) | | | |
| フォームブロック上部 | 12.3 | - | 9.6 |
| フォームブロック中部 | 8.0 | - | 5.4 |
| フォームブロック下部 | 1.7 | - | 2.3 |
| 止水性(H) | 0.5 | - | 1.5 |
| 通気性差(cc/cm ² /sec) | 10.6 | - | 7.3 |

【 0 0 4 6 】

(3) 物性等の評価方法

各実施例及び比較例により得られたポリウレタンフォームについて、密度、セル数、通気性、止水性を下記の方法により測定した。

- ・密度：J I S K 6 4 0 0 に準じた。
- ・セル数：2 5 m m 当たりのセル数
- ・通気性：1 0 m m 厚みのウレタンフォームサンプルを、J I S K 6 4 0 0 通気性 A 法にて測定した。なお、サンプルについては、約 7 0 0 m m の高さのフォームブロックより、上部・中部・下部・の 3 ヶ所で採取した。

【 0 0 4 7 】

- ・ 通気性差：（最大値－最小値）
- ・ 止水性：フォームブロック上部より採取した 1 0 mm 幅 1 0 mm 厚みで U 字型に打ち抜かれたウレタンフォームサンプルを、2 枚の亚克力板を用いて圧縮率が 5 0 % となるように挟み、垂直に立てた後、蒸留水を両亚克力板の間の隙間から、U 字型ウレタンフォームの内側に水の高さが 5 0 mm となるように注水し静置する。U 字型ウレタンフォームサンプルの底部から水がしみだしてくるまでの時間（H）を止水性として測定した。

【 0 0 4 8 】

上記表 1、表 2 より、本発明で好ましいとされたポリシロキサンーポリオキシアルキレン共重合体を軟質ポリウレタンフォーム用整泡剤として使用することにより、従来の整泡剤使用時と比較してその通気性を大幅に低下できるうえ、フォームブロック内の部位によるばらつきをほとんど無くすることが可能であることが明らかである。また、同表より止水性についても大幅な向上が見られることが明らかである。

【 0 0 4 9 】

【発明の効果】

以上詳述した如く本発明によれば、極めて通気性が低く、かつ形状の大きなフォームブロックを作った場合においても、部位による通気性のばらつきがほとんど無い連続気泡を有する低通気性軟質ポリウレタンフォームブロック及びその製造方法を提供できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】本発明は、極めて通気性が低く、かつ形状の大きな軟質ポリウレタンフォームブロックを作った場合においても、部位による通気性のばらつきがほとんど無いことを課題とする。

【解決手段】ポリオール、イソシアネート化合物、触媒、発泡剤及び整泡剤を少なくとも用いて低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックを製造する方法において、ヘルスバルブを発生させることなく通気性が $5\text{ cc}/\text{cm}^2/\text{sec}$ 以下でばらつきがほとんど無い連続気泡を有する軟質ポリウレタンフォームブロックを製造することを特徴とする低通気性軟質ポリウレタンフォームブロックの製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003425]

1. 変更年月日 1998年 3月 5日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都中央区日本橋室町3丁目1番20号
氏 名 株式会社東洋クオリティワン